(19) 日本国特許庁 (JP)

①特許出願公開

⑩公開特許公報(A)

昭58—144174

⑤Int. Cl.³D 06 M 13/46 13/36 識別記号

庁内整理番号 7107-4L 7107-4L ❸公開 昭和58年(1983)8月27日

発明の数 1 審査請求 未請求

(全 6 頁)

69柔軟化基剤

20特

願 昭57-25432

②出 願 昭57(1982)2月19日

の発明 者 山田幸一

佐倉市上志津1073-40

@発 明 者 佐々木久美

横浜市保土ケ谷区天王町 2 -50

-1

仰発 明 者 杉山豊樹

四街道市下志津新田2545—292

仍発 明 者 佐藤道人

横浜市戸塚区前田町511番地2

⑪出 願 人 ライオン株式会社

東京都墨田区本所1丁目3番7

号

個代 理 人 弁理士 箱田篤

明 細 書

- 1. 発明の名称 柔軟化基剤
- 2. 特許請求の範囲
 - (A) 炭素数12~24のアルキル基またはアルケニル基を分子内に2個有する第4級アンモニウム塩と、(B) 一般式(I)

$$\frac{R_1}{R_2} > N - R_3 \quad \dots \quad (J)$$

(式中、R1は炭素数12~50のアルキル基またはアルケニル基、R2は炭素数30~50のアルキル基またはアルケニル基、R3は炭素数1~3のアルキル基またはヒドロキシアルキル基を示す。)

で表わされる第3級アミン若しくはその塩及 び/または一般式(II)

$$\begin{pmatrix} R_1 & X & X_2 \\ R_2 & X & R_4 \end{pmatrix}^+ X - \dots (II)$$

(式中、R1、R2、R3 は前配と同じ意味を有し、R4は炭素数1~3のアルキル基または ヒドロキシアルキル基、X⁻は1価のアニオンを示す。)

で表わされ、る第4級アンモニウム塩とを含有 してなる柔軟化基剤。

2. 成分(A)が一般式(II)または(JV)

$$\begin{bmatrix} R_{5} + CONH - Y_{2} & M_{1} & N \\ R_{6} + CONH - Y_{2} & R_{8} \end{bmatrix} = Z^{-} \qquad (II)$$

$$\begin{bmatrix} R_{7} & R_{7} & 1 \\ R_{5} - C - N - CH_{2}CH_{2}NHCOR_{5} \\ \parallel & \parallel & \parallel \\ N & CH_{2} \\ \hline & CH_{2} \end{bmatrix} + Z^{-} \qquad (IV)$$

(式 I、IV 中、Rs、Rs はそれぞれ炭素数 12 ~24のアルキル基、βーヒドロキシアルキル基またはアルケニル基、Rr、Rs はそれぞれ炭素数 1~3のアルキル基若しくはヒドロキシアルキル基、またはベンジル基、+C2H4O)nH(n=1~5)で示される基、Y1、Y2はそれぞれエチレン基またはプロビレン基、

特開昭58-144174 (2)

m, m2 は 0 または 1 の数、 2 はハロダンまたは炭素数 1 ~ 3 のモノアルキル硫酸基を示す。)

で表わされるものである特許請求の範囲第 1 項記載の柔軟化基剤。

- 3. 成分(B)が B 位に分枝鎖を有する炭素数 30 ~50 のアルキル基若しくはアルケニル基を 分子内に 1 個または 2 個有するものである特 許請求の範囲第 1 項記載の柔軟化基剤。
- 4. 成分(A) 100 重量部に対して成分(B)の含有量が 0.005~5重量部の範囲内にある特許請求の 範囲第1項ないし第3項配載の柔軟化基剤。

3. 発明の詳細な説明

本発明は液状の繊維用、衣料用の柔軟剤やヘアーサンス剤等の有効成分として用いられる柔軟化基剤に関するものである。さらに詳しくは本発明に係る柔軟化基剤を用いることにより、すぐれた柔軟性が発現されるとともに、液状柔軟剤の分散安定性、粘度の経時変化、凍結復元性を向上し得るものである。

が低下し、柔軟性が十分発現されない。一方、第 4 級アンモニウム塩に低級アルコールを加えホモジナイザーなどを用いて高剪断力を加えて水に分散させる方法(特開昭 50-69399号)や長鎖アルキルアルコールを添加する方法(特開昭 50 一 105997号)を用いても、すぐれた粘度の経時安定性及び凍結復元性は得られない。

従って、本発明の目的はすぐれた柔軟性を有し、 液状柔軟剤の粘度の経時変化、凍結復元性を向上 し得る柔軟化基剤を提供するものである。かかる 本発明の目的は、炭素数12~24のアルキル基ま たはアルケニル基を分子内に2個有するをとり、 なるとチクルでは3が水のであるようになるとチクルが、 との分散系に炭素数30~50という値がでして との分散系に炭素数30~50という値がでして との分散系に炭素数30~50という値がです。 との分散系に炭素数30~50という値がです。 との分散系に炭素数30~50という値がです。 との分散系に炭素数30~50という値がです。 との分散系に炭素数30~50という値がです。 との分散系に炭素数30~50という値がです。 との分散系に炭素数30~50という値がです。 との分散系に炭素数30~50というに1個アンメラが、 なる方式を分子内に1個アンメラが、 なる方式を分子の形成が抑制され、 なる、 なる、 なるになが抑制され、 なること、 なるが抑制され、 なる。 衣料用柔軟剤やヘアーリンス剤などの有効成分である柔軟化基剤としては、繊維間や毛髪間の摩擦力を減らす効果及び風合の点から、システアリルシメチルアンモニウム塩などの分子内に炭素数12~24のアルキル基またはアルケニル基を2個有する第4級アンモニウム塩型のカチオン界面活性剤が多く用いられている。そしてこれらは通常水性媒体中に分散した状態で使用されている。

しかしながら、これらの分散液は満足すべき液性を有していない。すなわち、高温で保存しておくと第4級アンモニウム塩が凝集し粘度が著しく高くなる(粘度の経時安定性)。また低温で凍結後、解凍しても元の分散状態に戻る(凍結復元性)ことが少なく、環境や使用条件に対処し得ないという欠点を有している。

これらの被性を改良するために非イオン界面活性剤を多量に配合することが行なわれているが、 粘度の経時安定性は改良しえない。また非イオン 界面活性剤が第4級アンモニウム塩に作用する結果、第4級アンモニウム塩の繊維に対する付着量

経日安定性、凍結復元性が向上するとの知見に基づくものである。

すなわち、本発明は、A)炭素数12~24のアルキル基またはアルケニル基を分子内に2個有する第4級アンモニウム塩と、B)一般式(I)

$$\frac{R_1}{R_2} \setminus N - R_3 \qquad \dots \dots \qquad (I)$$

(式中、 R1 は炭素数 12~50 のアルキル基または アルケニル基、 R2 は炭素数 30~50 のアルキル 基またはアルケニル基、 R3 は炭素数 1~3 のア ルキル基またはヒドロキシアルキル基を示す。) で表わされる第 3 級アミン若しくはその塩及び/ または一般式(I)

$$\begin{pmatrix} R_1 & X & X_3 \\ R_2 & X & X_4 \end{pmatrix}^+ X^- \qquad \dots \dots \qquad (II)$$

(式中、R₁、R₂、R₃ は前配と同じ意味を有し、R₄ は炭素数1~3のアルキル基またはヒドロキシ アルキル基、X⁻は1価のアニオンを示す。) で表わされる第4級アンモニウム塩とを含有して なる柔軟化基剤を提供するものである。 本発明の(A) 成分である第4級アンモニウム塩は、例えば次の一般式(II)、 (IV)で表わされる炭素数 12~24 のアルキル基またはアルケニル基を分子内に2個有するアンモニウム塩、アミドアンモニウム塩、イミダゾリニウム塩等の1種または2種以上の混合物である。

$$\begin{pmatrix}
R_{5} + CONH - Y_{1} &)_{\overline{M1}} & N \\
R_{6} + CONH - Y_{2} &)_{\overline{M2}} & N \\
R_{6} + CONH - Y_{2} &)_{\overline{M2}} & N
\end{pmatrix}^{+} Z^{-} \qquad (II)$$

$$\begin{pmatrix}
R_{7} \\
R_{5} - C - N - CH_{2}CH_{2}NHCOR_{6} \\
\parallel & | & N - CH_{2} \\
CH_{9}
\end{pmatrix}^{+} Z^{-} \qquad (IV)$$

(式 I、 IV 中、 Rs、 Rs はそれぞれ炭素数 1 2~2 4 のアルキル基、βーヒドロキシアルキル基またはアルケニル基、 R7、 Rs はそれぞれ炭素数 1~3 のアルキル基若しくはヒドロキシアルキル基、またはペンジル基、 +C2H4O)nH(n=1~5) で示される基、 Y1、 Y2 はそれぞれエチレン基またはフロビレン基、 m1、 m2 は 0 または 1 の数、 Z は ハロゲンまたは炭素数 1~3 のモノアルキル硫

本発明の(B)成分は前記一般式(I)で表わされる第3級アミン若しくはその塩及び前記一般式(I)で表わされる第4級アンモニウム塩の1種または2種以上の混合物である。具体的には、

酸基を示す。)

具体的には、ジラウリルジメチルアンモニウ ムクロライド、ジパルミチルメチルヒドロキシ エチルアンモニウムエチルサルフェート、ジ水 素添加牛脂アルキルジメチルアンモニウムクロ ライド、ジステアリルメチルポリオキシェチレ ン(平均重合度5モル)アンモニウムクロライ ド、ジ水業添加牛脂アルキルエチルベンジルア ンモニウムメチルサルフェート、ジテトラコシ ルジメチルアンモニウムクロライド、ジ〔(2 ードデカノイルアミノ) エチル] ジメチルアン モニウムクロライド、ジ〔(2ーオクタデカノ イルアミノ) プロピル] ジメチルアンモニウム エチルサルフェート、2-ヘフタデシルー1-メチルー 1 ー [(2 ベオクタデカノイルアミノ) エチル〕イミダゾリニウムエチルサルフェート、 · 2 - ^ キサデシルー 1 - メチルー 1 - ((2 -ヘキサデカリイルアミノ) エチル] イミダソリ ニウムクロライドなどの1種または2種以上の 混合物である。

などが例示される。分子内のアルキル基または アルケニル基は直鎖状でも分枝鎖を有するもの であっても良い。式(I)、 (II)中、 分散安定性の点 から、 β 位に分枝鎖を有する炭素数 30~50の アルキル基若しくはアルケニル基を分子内に 1 個または 2 個有するものが好ましく、特に下記 一般式(V)及びその塩、例で表わされるものが好ま しい。

$$\begin{array}{c}
R_{9} \\
R_{3}
\end{array}$$
 $N-CH_{2}-CH_{2}R_{10}$ (V)

$$\begin{pmatrix} R_9 \\ R_3 \end{pmatrix} N \begin{pmatrix} R_4 \\ CH_2 - CH - R_{11} \\ R_{10} \end{pmatrix} + X \begin{pmatrix} CH - R_{11} \\ R_{10} \end{pmatrix}$$

(式中、 R_3 、 R_4 、 X は、前記と同じ意味を有し、 R_9 、 R_{10} 、 R_{11} は、それぞれ炭素数 $12\sim26$ のアルキル基またはアルケニル基であり、かつ R_{10} と R_{11} の炭素数の合計は $28\sim48$ 〔好ましくは $30\sim42$ 〕の範囲内にある。)

具体的には、

$$\begin{array}{c|c} C_{12}\,H_{25} \\ \hline C_{14}\,H_{29} \\ \hline \\ C_{16}\,H_{33} \\ \hline \\ HOC_{2}\,H_{5} \\ \hline \\ C_{18}\,H_{37} \\ \hline \\ C_{18}\,H_{37} \\ \hline \\ C_{18}\,H_{37} \\ \hline \\ C_{16}\,H_{33} \\ \hline \\ N-C\,H_{2}-C\,H-C_{18}\,H_{37} \\ \hline \\ C_{16}\,H_{33} \\ \hline \\ C_{16}\,H_{33} \\ \hline \\ C_{16}\,H_{33} \\ \hline \\ C_{12}\,H_{25} \\ \hline \end{array}$$

尚、アミン塩としては、塩酸塩、硫酸塩、リン酸塩、ギ酸塩、酢酸塩、ブロピオン酸塩、乳酸塩、移酸塩、モノメチル硫酸塩などが使用でき、第4級アンモニウム塩の X としては適常の1 価のアニオンであるが、塩素、臭素などのハロゲンイオン、炭素数1~3のモノメチル硫酸イオンが好ましい。

が例示される。尚、 Ro として、水磁牛脂アルキル基、 ヤシアルキル基も 好ましく使用できる。一般式(V)、 (M)で表わされる 化合物は、 オキソ法またはガーベット 法により 製造した & 位に分枝鎖を有するアルコールをハライド 化反応後、常法により第3級アミン、第4級アンモニウム塩として容易に製造される。

(P = 3~30) ソルビタン脂肪酸エステルなど の非イオン界面活性剤、セチルアルコールなど の高級アルコール、エタノールなどの低級アル コール、尿紊、無機塩などを少量添加すること ができる。尚、前記戸はエチレンオキシドの平 均重合度、Cは炭素数を示す(以下においても 同じ)。さらに合成繊維に対する柔軟性を向上 させるために、アルキルペンゼンスルホン酸塩、 d-オレフィンスルホン酸塩、ポリオキシェチ レンアルキル硫酸エステル塩、脂肪酸石鹼など のアニオン界面活性剤を、柔軟化基剤/アニオ ン界面括性剤のモル比が 90/10~52/48 の範 囲内となるように添加することができる。ヘア ーリンス剤として用いるときは、高級アルコー ル、シリコーン類、炭化水素、セルロース誘導 体左どを配合することができる。このほか、エ チレングリコール、プロピレングリコールなど のハイドロトローブ剤、殺菌剤、顔料、染料、 香料、螢光増白剤などを適宜配合することがで きる。

本発明の柔軟化基剤を用いた衣料用柔軟剤によれば、前記目的を違成しうるほかに、ポリエステル、ポリアミド、ポリア.クリル繊維などの合成繊維に対してすぐれた柔軟性と帯電防止性をも付与できるものである。

次に実施例により本発明を群述する。

実施例1

各種配合物の組成及び性能を表一1 に示す。 なお組成物は下記の方法により関製し、性能を 評価した。

○組成物の調製方法

柔軟化基剤以外の成分を 50°C 以上の水に溶解しておき、提拌しながら柔軟化基剤の溶融混合物を滴下し、均一に分散させた後室温まで冷却する。

粘度の経日安定性

関製後、25°Cで1日放置した後の粘度をブルックフィールド型粘度計で測定する(粘度aicp)。次に40°Cに30日間放置した後、同様の手順で25°Cにおける粘度を測定する

9

(粘度 a₂ cp)。この粘度差(a₂ - a₁) cp を 経日安定性の指標とした。 cp はセンチポイズ の略である。

o 凍結復元性

割製後、25°Cで1日放置したものを-20°Cで1昼夜凍結保存し、しかるのちに25°Cで解凍させ凍結前の分散状態が得られるか否かを調べた。凍結前の分散状態にもどったものを〇で示し、他は解凍後の状態を記載した。

0.柔軟性

稿タオル、ナイロン布を調整物の 0.067 名水 溶液で処理し、柔軟化基剤の成分(B) を含まない 対応する調製物を用い同一条件で処理したもの と、一対比較を行なった。

	藍			ß	<u> </u>		0.5	:	$\frac{102}{102}$	-	
	24		æ				0.5		1050	ľ	
	#	'n					0.5		450 1370 1050	チル状って	
				so.		0.05	0.5	:	450	o	
			တ		0.02		0.5	;	350	0	10
	品品	ıcı			0.005 0.02	0.02	0.5	;	400	0	SK SEV
	鰥	2				0.0 5 0.02	0.5	;	350	0	吳麗
	₩	3		,	0.05		0.5		320	0	N F O
-		S			0.001 0.05		0.5	43×2+	200	0	1) 2 8
94		シ大林校司午間アグチャング 木グアン・アンポリウスクロット ア		2ーへキサデシルー1ーメチルー1ー [(2ーへキサデカノイルアミノ)エチル] イミダゾリニウムクロライド	C13 H37 CH3 N-CH2-CH-C18 H37	(C19 H37) CH3 CH3 CH31) CU	ポリオキシエチレン (Pes40)/ニルフェニルエーテル	*	粘度の経日安定性 (△op)	頭結復元性 .	数中の配合量は、ナベイ質量をである(以下の実施的においても同じ)

表一1より、本発明品は比較例に比べ明らかに粘度の経日安定性及び凍結復元性にすぐれていることがわかる。また本発明品の柔軟性は、(B)成分を含有しない比較例に比べ、綿タオルでは同等、ナイロン布では若干すぐれた性能を示した。

実施例2

実施例 1 と同様の方法により、衣料用柔軟剤 組成物(I ~ V) を調製し、性能を測定した。 (組成物 I)

ジ 水 楽 添 加 牛 脂 ア ル キ ル メ チ ル ヒ ド ロ キ シ エ チ ル ア ン モ ニ ウ ム メ チ ル サ ル フ ェ ー ト

バランス

-425-

(組成物Ⅱ)

ジ水業 添加牛脂 アルキルメチルヒ ドロキシエチルアンモニウムメチルサルフェート

(組成物 頁)

ジ水素添加牛脂アルキルメチルベンジルア ンモニウムクロライド 7%

$$\begin{pmatrix} C_{18} H_{37} \\ C_{36} H_{73} \end{pmatrix} N \begin{pmatrix} CH_3 \\ CH_3 \end{pmatrix} + CH_3 SO_4 - 0.1 \%$$

水パランス

とれらの組成物の性能を表一2に示す。

表 一 2

組成物	1	п	¥	Ņ	v
粘度の経日安定性 (△ cp)	550	380	3 3 0	4 2 0	250
凍結復元性	0	ο.	0	. 0	0

なお組成物 I ~ IV は、綿タオル、ナイロン布に対してすぐれた柔軟性を示した。また組成物 Vをスプレーガン付き容器に入れ、衣料にスプレーしたところ、すぐれた帯電防止効果が得られた。

実施例3

ジ水 寮添加牛脂アルキルジメチルアンモニウ ムクロライド 2 \$

$$\begin{array}{c|c}
C_{18} H_{37} \\
\hline
N - C H_2 - C H - C_{18} H_{37} \\
\hline
C H_3
\end{array}$$
0.0 0 1 %

(組成物 N)

ジ水素添加牛脂アルキルメチルベンジルア ンモニウムクロライド 5名

$$\begin{pmatrix} C_{34} H_{69} \\ C_{36} H_{73} \end{pmatrix} N \begin{pmatrix} CH_3 \\ CH_3 \end{pmatrix} + C\ell \qquad 0.05\%$$

ドデシルベンゼンスルホン酸ソーダ 3.3 %

エチレングリコール 3%

尿薬 5 **%** 水 パランス

(組成物V)

ジパルミチルメチルポリオキシエチレン $(\overline{P} = 5)$ アンモニウムクロライド 1 $\mathbf{5}$

$$\begin{pmatrix} c_{12} H_{25} \\ c_{H_3} \end{pmatrix}_{N} \begin{pmatrix} c_{H_3} \\ c_{H_2} - c_{H_2} - c_{16} H_{33} \end{pmatrix} + c_{0.003\%}$$

ヤジ脂肪酸ジェタノールアミド 0.5%

エタノール 3 %

ポリオキシエチレン(\overline{P} =40)/ニルフェニルエーテル 0.2% 水 パランス

$$\begin{pmatrix}
C_{18} H_{37} & C_{13} & \\
C_{12} & C_{16} H_{37} & \\
C_{16} H_{33} & C_{\ell}
\end{pmatrix}$$

0.005 %

チルアルコール 1.5%

水添ラノリン 0.5 %

ステアリン酸モノグリセライド 4%

プロピレングリコール 3%

残部水よりなるへアーリンス剤を調整し、その性能を評価した。粘度の経日安定性(△cp)は135 cp、凍結復元性はOと良好であり、ヘアーリンス処理した毛髪は、光沢、風合いも良く櫛通りもなめらかであった。

特許出願人 ライオン株式会社 代 理 人 箱 田 篇